

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

[\[一覧へ戻る\]](#)[抄録一括ダウンロード\(オプション機能\)](#)[\[図ヘルプ\]](#)

1999-154828/199914

HENKEL KGAA

DE-19735788-A1

Batch production of laundry detergent or component containing few over-sized granules - involves adding liquid anionic surfactant acid to solid neutralising agent, separating fines, recycling coarse fraction to mixer and crusher and combining both granulates

過度に糊付けをされた顆粒剤をほとんど含有しないクリーニング店洗剤あるいは成分のバッチ生産

会社コード: HENK

公報発行日: 1999.02.25

代表図面: 0/0

ページ: 7

出願人: HENKEL KGAA

発明者: LIETZMANN A

IPC: C11D 001/83 ,C11D 017/00

ダウエントクラス: D25

優先権: 1997.08.18 1997 DE-1035788

使用法: The process is useful for producing concentrated, free-running granulates containing anionic surfactant, especially alkyl benzenesulphonate granulates, with bulk densities greater than 500 gl. These are useful in (laundry) detergents.

図面なし

効果: Existing processes give a more or less wide particle size distribution, in some cases with considerable amounts of over-sized granules. The present method is simple and relatively cost-effective and gives concentrated granules with a much lower fraction of over-sized granules.

*Abstract*

抄録: NOVELTY - In discontinuous production of a granular laundry detergent or its components by adding a liquid anionic surfactant acid to an agitated bed of solid, water-soluble inorganic neutralizing agent and optionally other solids in a mixer, (i) the mixture is converted to granulate with over 40 wt.% larger than 2 mm in diameter; (ii) the finer particles are sifted out; and particles larger than 2 mm are recycled to the mixer and crusher to form finer agglomerates; and (iv) the granulates from steps (ii) and (iii) are combined.

種別	ダウエント週	対応特許番号	公報発行日	筆頭IPC	ページ数	言語
*	1999/14	DE-19735788-A1	1999.02.25	C11D001/83	7	

Local Application = A,A, ,19970818,97DE-1035788

copyright reserved by Thomson/Derwent



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 197 35 788 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**C 11 D 1/83**  
C 11 D 17/00

②1 Aktenzeichen: 197 35 788.1  
②2 Anmeldetag: 18. 8. 97  
④3 Offenlegungstag: 25. 2. 99

DE 197 35 788 A 1

⑦1 Anmelder:  
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑦2 Erfinder:  
Lietzmann, Andreas, 40231 Düsseldorf, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤4 Verfahren zur Herstellung hochtensidhaltiger Granulate

DE 197 35 788 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung konzentrierter, rieselfähiger anionensidhaltiger Granulate, insbesondere Alkybenzolsulfonat (ABS)-Granulate, mit Schüttgewichten oberhalb 500 g/l.

Dem Einsatz von Alkybenzolsulfonaten in Wasch- und Reinigungsmitteln kommt eine große Bedeutung zu, da Tensidverbindungen dieser Stoffklasse wirtschaftlich herstellbar sind, hervorragende Wasch- und Reinigungswirkung zeigen und hinsichtlich ihres ökologischen Verhaltens nicht hinter anderen Anionerstensiden, wie zum Beispiel Fettalkoholsulfaten, zurückstehen.

Obwohl die wirtschaftliche Synthese von hellfarbigen Anionentensiden auf ABS-Basis heute gesicherter Stand des technischen Wissens ist, treten bei der Herstellung und der Verarbeitung solcher Tenside anwendungstechnische Probleme auf. So fallen die Tensidsalze bei ihrer Herstellung in Form wässriger Zubereitungsformen an, wobei Wassergehalte im Bereich von etwa 10 bis 80 Gew.-% und insbesondere im Bereich von etwa 35 bis 60 Gew.-% einstellbar sind. Produkte dieser Art haben bei Raumtemperatur pastenförmige bis schneidfähige Beschaffenheit, wobei die Fließ- und Pumpfähigkeit solcher Pasten schon im Bereich von etwa 50 Gew.-% Aktivsubstanz eingeschränkt ist oder gar verlorenght, so daß bei der Weiterverarbeitung solcher Pasten, insbesondere bei ihrer Einarbeitung in Feststoffmischungen, beispielsweise in feste Wasch- und Reinigungsmittel, beträchtliche Probleme entstehen. Es ist dementsprechend ein altes Bedürfnis Waschmitteltenside auf ABS-Basis in trockener, insbesondere rieselfähiger Form zur Verfügung stellen zu können. Tatsächlich gelingt es auch, nach herkömmlicher Trocknungstechnik, zum Beispiel im Sprühturm, rieselfähige ABS-Pulver oder -Granulate zu bekommen. Hier zeigen sich jedoch gravierende Einschränkungen, da die erhaltenen ABS-Zubereitungen hygroscopisch sind, unter Wasseraufnahme aus der Luft bei der Lagerung verklumpen und auch im Waschmittel-Fertigprodukt zur Verklumpung neigen. Rieselfähige, nicht hygroscopische und verklumpende ABS-Granulate können mit geeigneten Trägermaterialien, beispielsweise Zeolithen und/oder Silikaten und/oder Alkalicarbonaten oder durch Oberflächenbehandlung, beispielsweise mit feinteiligen Feststoffen, erhalten werden. Die Verfahren zur Herstellung solcher Granulate sind energieintensiv, da die Neutralisation der ABS-Säure (fortan kurz ABSS genannt), die Granulation und die Trocknung und eventuelle Oberflächenbeschichtung in verschiedenen Verfahrensschritten erfolgen.

Die europäische Patentanmeldung EP-A-0 678 573 (Procter & Gamble) beschreibt ein Verfahren zur Herstellung rieselfähiger Tensidgranulate mit Schüttgewichten oberhalb 600 g/l, in dem Anionentensidsäuren mit einem Überschuß an Neutralisationsmittel zu einer Paste mit mindestens 40 Gew.-% Tensid umgesetzt werden und diese Paste mit einem oder mehreren Pulvern, von denen mindestens eines sprühtrocknet sein muß und das anionisches Polymer und kationisches Tensid enthält, vermischt wird, wobei das entstehende Granulat optional getrocknet werden kann.

Die Verwendung eines festen Neutralisationsmittels zur Neutralisation von Anionentensidsäuren wird auch in der EP-A-0 555 622 (Procter & Gamble) beschrieben, wo dieses Mittel, vorzugsweise ein Carbonat, mit einer mittleren Teilchengröße von unter 5 µm im stöchiometrischen Überschuß in einem Hochgeschwindigkeitsmischer mit der Anionentensidsäure versetzt und eventuell unter Zugabe anderer Zuschlagstoffe granuliert wird.

Aus der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 402 112 (Procter & Gamble) ist ein kontinuierliches Neutralisations-

Granulationsverfahren zur Herstellung von ABS- und/oder ABS-Granulaten aus der Säure bekannt, in dem die ABS-Säure mit mindestens 62%iger NaOH neutralisiert und dann unter Zusatz von Hilfsstoffen, zum Beispiel ethoxylierten Alkoholen oder Alkylphenolen oder eines oberhalb von 48,9°C schmelzenden Polyethylenglykols mit einer Molmasse zwischen 4000 und 50000 granuliert wird. Der Zusatz von Feststoffen wie beispielsweise Zeolith und/oder Natriumcarbonat wird in dieser Schrift nicht beschrieben.

Die europäische Patentanmeldung EP-A-0 508 543 (Procter & Gamble) nennt ein diskontinuierliches Verfahren, in dem Zeolith, Natriumcarbonat und Natronlauge in einem Mischer vorgemischt und dann mit der Tensidsäure versetzt werden. Ein ebenfalls beanspruchtes kontinuierliches Verfahren geht aber bereits von einer Lösung der neutralisierten ABS-Säure aus.

Die deutsche Offenlegungsschrift DE-A-42 32 874 (Henkel) offenbart ein Verfahren zur Herstellung wasch- und reinigungsaktiver Anionentensidgranulate durch Neutralisation von Anionentensiden in ihrer Säureform. Als Neutralisationsmittel werden feste, pulverförmige Stoffe offenbart. Die erhaltenen Granulate haben Tensidgehalte um 30 Gew.-% und Schüttgewichte von unter 550 g/l.

Auch die deutsche Offenlegungsschrift DE-A-42 16 629 (Henkel) offenbart ein Verfahren zur Herstellung anionensidhaltiger Wasch- und Reinigungsmittel. Hierbei wird in einem Mischer ein Feststoff vorgelegt, auf den eine separat hergestellte, mindestens teilweise neutralisierte Anionentensid-Säure gegeben wird, wobei der Feststoff die überschüssige Säure neutralisiert.

Die internationale Patentanmeldung WO 96/38529 (Procter & Gamble) beschreibt ein Verfahren zur Herstellung hochaktiver Waschmittelgranulate, in dem 15 bis 35 Gew.-% Anionentensidsäure, 5 bis 65 Gew.-% Phosphatbuilder und 10 bis 65 Gew.-% Carbonat in einem Hochintensitätsmischer vermischt und anschließend in einem moderaten Mischer agglomeriert werden, wobei das Carbonat die Anionentensidsäure neutralisiert und das resultierende Granulat ein Schüttgewicht von mindestens 550 g/l aufweist.

Die europäische Patentanmeldung EP-A-0 438 320 (Unilever) offenbart ein diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung einer granularen Waschmittelzusammensetzung oder Komponente hierfür, in dem festes, wasserlösliches, alkalisches anorganisches Neutralisationsmittel gegebenenfalls in Mischung mit anderen Feststoffen in einem Mischer vorgelegt und bewegt wird und eine flüssige Anionentensidsäure zu dem bewegten Feststoffbett zugegeben wird. Hierbei soll eine Temperatur von 55°C während der Neutralisation nicht überschritten werden; zusätzlich wird ein Binder eingesetzt, die Neutralisationsmischung soll im festen Zustand verbleiben, wobei schließlich Schüttgewichte oberhalb von 650 g/l erreicht werden.

Die Klassierung von Granulaten während der Herstellung wird in der EP-A-0 512 552 (Kao Corp.) beschrieben. Bei dem in dieser Schrift offenbarten Herstellungsprozeß wird eine geknetete oder extrudierte Waschmittelzusammensetzung gemahlen, gesiebt und die Feinkornanteile in einem Hochgeschwindigkeitsmischer zu größeren Granulatkörnern aufagglomeriert. Das Agglomerat wird anschließend mit dem vorher abgetrennten groben Pulver vermischt und gegebenenfalls weiter oberflächenbehandelt, beispielsweise abgedudert.

Der Aufbau von feineren Teilchen zu größeren Teilchen durch Granulation wird auch in den japanischen Schriften JP 61/69897 bis JP 61/69900 (Kao Corp., Derwent Abstracts) beschrieben. Hier werden sprühtrocknete Granulate in einem Hochgeschwindigkeitsmischer zunächst zerkleinert und nachfolgend unter Zusatz von flüssigem Binde-

mittel und Oberflächenmodifizierer granuliert. Bei der Aufagglomeration von Staub- und Feinkornanteilen zu größeren Granulatkörnern resultiert neben einem erheblichen Überkornanteil eine breite Teilchengrößenverteilung.

Alle beschriebenen Verfahren des Standes der Technik führen zu einer mehr oder minder breiten Teilchengrößenverteilung mit zum Teil erheblichen Mengen an sogenannten "Überkornanteilen". Insbesondere die diskontinuierlichen Verfahren liefern hohe Anteile von Teilchen mit Teilchengrößen oberhalb von 2 mm.

Die Aufgabe der Erfindung war es, ein einfaches und vergleichsweise kostengünstiges diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung konzentrierter anionensidhaltiger Granulate, insbesondere ABS-Granulate, ausgehend von der Säureform des Tensids und unter Zusatz von granulationsfördernden Feststoffen, beispielsweise Zeolith zu entwickeln, wobei die erhaltenen Granulate Schüttgewichte von mindestens 500 g/l aufweisen. Hierbei soll insbesondere der bislang anfallende Anteil an Teilchen mit Korngrößen über 2 mm ("Grobkornanteil") deutlich verringert werden.

Es wurde nun gefunden, daß der Überkornanteil in einem einstufigen Neutralisations/Granulationsprozeß durch geeignete Prozeßführung deutlich verringert werden kann.

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend in einer ersten Ausführungsform ein diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung einer granularen Waschmittelzusammensetzung oder Komponente hierfür, in dem festes, wasserlösliches, alkalisches anorganisches Neutralisationsmittel gegebenenfalls in Mischung mit anderen Feststoffen in einem Mischer vorgelegt und bewegt wird und eine flüssige Anionensidssäure zu dem bewegten Feststoffbett zugegeben wird, wobei folgende Verfahrensschritte durchgeführt werden:

- i) Granulation der Mischung zu Granulaten, die zu mehr als 40 Gew.-% der Gesamtmasse aus Teilchen mit Teilchendurchmessern oberhalb von 2 mm bestehen,
- ii) Absieben der Partikel mit Teilchendurchmessern unterhalb von 2 mm,
- iii) Zurückführung der Teilchen mit Teilchengrößen oberhalb von 2 mm in den Mischer und Zerkleinerung unter erneutem Kornaufbau mit teilchentförmigen Inhaltsstoffen von Wasch- und Reinigungsmitteln zu feineren Agglomeraten,
- iv) Vereinigung der in den Schritten ii) und iii) gebildeten Granulate zur granularen Waschmittelzusammensetzung bzw. Komponente hierfür.

Zur Ausführung des Granulations schrittes im erfindungsgemäßen Verfahren sind die für Granulationszwecke üblichen Mischer einsetzbar. Geeignete Mischer sind beispielsweise Eirich®-Mischer der Serien R oder RV (Warenzeichen der Maschinenfabrik Gustav Eirich, Hardheim), die Fukae® FS-G-Mischer (Warenzeichen der Fukae Powtech, Kogyo Co., Japan), die Lödige® FM-, KM- und CB-Mischer (Warenzeichen der Lödige Maschinenbau GmbH, Paderborn), die Drais®-Serien T oder K-T (Warenzeichen der Drais-Werke GmbH, Mannheim) oder der Schugi Flexomix® (Warenzeichen der Hosokawa Schugi B.V., Lelystad, Niederlande). Hierbei kann das erfindungsgemäße Verfahren sowohl in Hochintensitäts- als auch in langsamlaufenden Mixern durchgeführt werden. Beispiele für schnelllaufende Mischer sind der Lödige® CB 30 Recycler (Warenzeichen der Lödige Maschinenbau GmbH, Paderborn), die oben genannten Fukae® FS-G-Mischer (Warenzeichen der Fukae Powtech, Kogyo Co., Japan), der Eirich®-Mischer Typ R (Warenzeichen der Maschinenfabrik Gustav Eirich, Hard-

heim) oder der Drais® K-TTP 80 (Warenzeichen der Drais-Werke GmbH, Mannheim). Beispiele für langsamlaufende Mischgranulatoren sind der Drais® K-T 160 (Warenzeichen der Drais-Werke GmbH, Mannheim) sowie der Lödige® KM 300 (Warenzeichen der Lödige Maschinenbau GmbH, Paderborn). Letzterer, der oftmals als "Lödige Pflugscharmischer" bezeichnet wird, ist zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens besonders geeignet. Insbesondere im letztgenannten Mischgranulator lassen sich sogenannten "Messerkränze" als Zerteilvorrichtung einbauen, die gebildete Überkornanteile zu feineren Partikeln zerhacken. Da gleichzeitig auch feinere Teilchen zu Staub zerhackt werden, ist der Einsatz der Messerköpfe nur innerhalb bestimmter Grenzen möglich.

Durch die Aufteilung des diskontinuierlichen Verfahrens in zwei Schritte resultiert ein erheblich geringerer Überkornanteil als beim einstufigen diskontinuierlichen Verfahren. So kann beispielsweise die Menge an granulationsfördernden Zuschlagstoffen, die vorzugsweise Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln sind, aufgeteilt werden, wobei der erste Teil im ersten Verfahrensschritt (Neutralisation) zugegeben wird und der zweite Teil erst nach dem Abtrennen der Feinkornanteile. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung kennzeichnen die Begriffe "Grobkorn", "Feinkorn" und "Staub" Teilchen mit Teilchengrößen oberhalb von 2 mm, Teilchen mit Größen von 100 bis 2000 µm sowie Teilchen mit Größen unterhalb 100 µm. Die Teilchengrößen werden dabei so definiert, daß mindestens 95 Gew.-% der Teilchen durch ein Sieb der entsprechenden Maschenweite fallen bzw. auf dem Siebboden verbleiben.

Durch die erfindungsgemäße Verfahrensgestaltung werden in der ersten Stufe i) Granulate gebildet, die zu mehr als 40 Gew.-% der Gesamtmasse aus Teilchen mit Teilchendurchmessern oberhalb von 2 mm bestehen. Die auf diese Weise erhaltenen Granulate sind vorzugsweise frei von Staubanteilen und bestehen vorzugsweise zu weniger als 20 Gew.-% der Gesamtmasse aus Teilchen mit Teilchengrößen unter 400 µm. Nach Abtrennung der Feinkornanteile im Verfahrensschritt ii) werden die Teilchen mit Teilchengrößen oberhalb von 2 mm in den Mischer zurückgeführt und einer Zerkleinerung unter erneutem Kornaufbau unterzogen. Auch in dieser Verfahrensstufe iii) resultieren nahezu staubfreie Granulate, die mit den in Schritt ii) gebildeten Granulaten zum fertigen Produkt vermischt werden. Insgesamt liefert das erfindungsgemäße Verfahren dabei deutlich verringerte Grobkornanteile.

Die vorliegende Erfindung beinhaltet die Neutralisation einer Anionensidssäure mit einem festen, wasserlöslichen, alkalischen, anorganischen Neutralisationsmittel. Als Anionensidssäuren kommen im Rahmen der vorliegenden Erfindung hauptsächlich Alkylbenzolsulfonsäuren (ABSS), Alkylsulfonsäuren oder Alkylschwefelsäuren in Betracht. Bezogen auf das entstehende Granulat, beträgt die Menge an Anionensidssäure, die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt wird, 15 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 35 Gew.-% und insbesondere 25 bis 30 Gew.-%.

Als ABSS kommen im erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise C<sub>13</sub>-Alkylbenzolsulfonsäuren, Olefinsulfonsäuren, das heißt Gemische aus Alken- und Hydroxyalkansulfonsäuren sowie Disulfonsäuren, wie man sie beispielsweise aus C<sub>2-18</sub>-Monoolefinen mit end- oder innerständiger Doppelbindung durch Sulfonieren mit gasförmigem oder flüssigem Schwefeltrioxid erhält, in Betracht. Auch die Alkylschwefelsäuren, die beispielsweise durch Umsetzung von Fettalkoholen mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gewonnen werden, sind als Anionensidssäure einsetzbar. An der Stelle von reiner ABSS kann im erfindungsgemäßen Verfahren auch ein Gemisch aus ABSS und Niotensid verwendet werden.

wobei der Gehalt an Niotensid im Bereich von 1 bis 10 Gew.-%, vorzugsweise von 3 bis 8 Gew.-%, bezogen auf das fertige Granulat, betragen kann.

Als festes, wasserlösliches, alkalisches anorganisches Neutralisationsmittel kommt insbesondere Natriumcarbonat, gegebenenfalls in Mischung mit einem oder mehreren anderen Neutralisationsmitteln der genannten Art, in Betracht. Andere feste, wasserlösliche, alkalische anorganische Neutralisationsmittel sind beispielsweise Alkalimetallhydrogencarbonate, Alkalimetallsilikate aber auch die Alkalimetallhydroxide.

Natriumcarbonat weist neben seiner Funktion als Neutralisationsmittel im entstehenden Granulat zusätzlich Builder-eigenschaften auf und kann, sofern es im Überschuß eingesetzt wurde, die Alkalität der Waschflotte erhöhen. Auf diese Weise kann Natriumcarbonat als alleiniger Gerüststoff in den granularen Waschmittelzusammensetzungen bzw. Komponente hierfür vorhanden sein, es kann aber auch in Mischung mit anderen Gerüststoffen eingesetzt werden. Selbstverständlich kann im erfindungsgemäßen Verfahren auch gänzlich auf Natriumcarbonat verzichtet werden, wobei als feste, wasserlösliche, alkalische anorganische Neutralisationsmittel beispielsweise Stoffe oder Gemische von

Stoffen aus den oben genannten Gruppen eingesetzt werden. Das oder die Neutralisationsmittel werden mindestens in solchen Mengen eingesetzt, die zur vollständigen Neutralisation der Aniontensäure führen. Darüber hinaus können die Neutralisationsmittel im Überschuß eingesetzt werden, sofern ein höherer Anteil dieser Stoffe im fertigen Granulat gewünscht wird. In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung beträgt die Menge an festen, wasserlöslichen, alkalischen anorganischen Neutralisationsmitteln, die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt wird, 10 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 15 bis 40 Gew.-% und insbesondere 20 bis 30 Gew.-%, jeweils bezogen auf das entstehende Granulat.

Zusätzlich zum festen Neutralisationsmittel können im Mischer weitere teilchenförmige Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln vorgelegt werden. Diese Stoffe können beispielsweise dazu dienen, die Granulation zu fördern. Ihre Einarbeitung kann aber auch aus ökonomischen Gründen direkt im ersten Granulationsschritt erfolgen, ohne daß hieraus besondere Verfahrensvorteile resultieren. Granulationsfördernde Feststoffe, die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt werden können, sind anorganische Buildersubstanzen, insbesondere Zeolithe.

Der eingesetzte feinkristalline, synthetische und gebundene Wasser enthaltende Zeolith ist vorzugsweise Zeolith A und/oder P. Als Zeolith P wird Zeolith MAP® (Handelsprodukt der Firma Crosfield) besonders bevorzugt. Geeignet sind jedoch auch Zeolith X sowie Mischungen aus A, X und/oder P. Der Zeolith kann als sprühtrocknetes Pulver oder auch als ungetrocknete, von ihrer Herstellung noch feuchte, stabilisierte Suspension zum Einsatz kommen. Für den Fall, daß der Zeolith als Suspension eingesetzt wird, kann diese geringe Zusätze an nichtionischen Tensiden als Stabilisatoren enthalten, beispielsweise 1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf Zeolith, an ethoxylierten  $C_{12}$ - $C_{18}$ -Fettalkoholen mit 2 bis 5 Ethylenoxidgruppen,  $C_{12}$ - $C_{14}$ -Fettalkoholen mit 4 bis 5 Ethylenoxidgruppen oder ethoxylierten Isotridecanolen. Geeignete Zeolithe weisen eine mittlere Teilchengröße von weniger als 10 µm (Volumenverteilung; Meßmethode: Coulter Counter) auf und enthalten vorzugsweise 18 bis 22 Gew.-%, insbesondere 20 bis 22 Gew.-% an gebundenem Wasser.

Weitere geeignete Bestandteile in einer Mischung granulationsfördernder Feststoffe sind wasserlösliche anorganische Salze wie beispielsweise Sulfate. In einer bevorzugten

Ausführungsform verwendet das erfindungsgemäße Verfahren als granulationsfördernden Feststoff Zeolith, der im Mengenverhältnis 1 : 3 bis 3 : 1 mit dem festen Neutralisationsmittel, das vorzugsweise Natriumcarbonat ist, gemischt wird.

Selbstverständlich kann mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine komplette Wasch- und Reinigungsmittelzusammensetzung hergestellt werden, indem man weitere Inhaltsstoffe von Wasch- und Reinigungsmitteln in den Mischer zur Feststoffmischung hinzugibt. Flüssige Bestandteile können, sofern sie säurestabil sind, mit der Aniontensäure aufgelöst werden, für die Niotenside ist dies oben bereits beschrieben worden.

Als weitere Inhaltsstoffe kommen beispielsweise Gerüststoffe, Bleichmittel, Bleichaktivatoren, Enzyme, Schauminhibitoren usw. in Betracht. Unter den Gerüststoffen sind neben dem bereits genannten Zeolith insbesondere Natriumsilikate und organische Cobuilder zu nennen.

Geeignete kristalline, schichtförmige Natriumsilikate besitzen die allgemeine Formel  $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot \text{H}_2\text{O}$ , wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1,9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind. Derartige kristalline Schichtsilikate werden beispielsweise in der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 164 514 (Hoechst AG) beschrieben. Bevorzugte kristalline Schichtsilikate der angegebenen Formel sind solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind sowohl  $\beta$ - als auch  $\delta$ -Natriumdisilikate  $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5 \cdot y\text{H}_2\text{O}$  bevorzugt, wobei  $\beta$ -Natriumdisilikat beispielsweise nach dem Verfahren erhalten werden kann, das in der internationalen Patentanmeldung WO-A-91/08171 (Henkel) beschrieben ist.

Einsatzbar sind auch amorphe Natriumsilikate mit einem Modul  $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$  von 1 : 2 bis 1 : 3,3, vorzugsweise von 1 : 2 bis 1 : 2,8 und insbesondere von 1 : 2 bis 1 : 2,6, welche löseverzögert sind und Sekundärwascheigenschaften aufweisen. Die Löseverzögerung gegenüber herkömmlichen amorphen Natriumsilikaten kann dabei auf verschiedene Weise, beispielsweise durch Oberflächenbehandlung, Compoundierung, Kompaktierung/Verdichtung oder durch Übertrocknung hervorgerufen worden sein. Im Rahmen dieser Erfindung wird unter dem Begriff "amorph" auch "röntgenamorph" verstanden. Dies heißt, daß die Silikate bei Röntgenbeugungsexperimenten keine scharfen Röntgenreflexe liefern, wie sie für kristalline Substanzen typisch sind, sondern allenfalls ein oder mehrere Maxima der gestreuten Röntgenstrahlung, die eine Breite von mehreren Gradeinheiten des Beugungswinkels aufweisen. Es kann jedoch sehr wohl sogar zu besonders guten Buildereigenschaften führen, wenn die Silikatpartikel bei Elektronenbeugungsexperimenten verwischene oder sogar scharfe Beugungsmaxima liefern. Dies ist so zu interpretieren, daß die Produkte mikrokristalline Bereiche der Größe 10 bis einige Hundert nm aufweisen, wobei Werte bis max. 50 nm und insbesondere bis max. 20 nm bevorzugt sind. Derartige sogenannte röntgenamorphe Silikate, welche ebenfalls eine Löseverzögerung gegenüber den herkömmlichen Wassergläsern aufweisen, werden beispielsweise in der deutschen Patentanmeldung DE-A-44 00 024 beschrieben. Insbesondere bevorzugt sind verdichtete/kompaktierte amorphe Silikate, compoundierte amorphe Silikate und übertrocknete röntgenamorphe Silikate.

Selbstverständlich ist auch ein Einsatz der allgemein bekannten Phosphate als Buildersubstanzen möglich, sofern ein derartiger Einsatz nicht aus ökologischen Gründen vermieden werden sollte. Geeignet sind insbesondere die Natriumsalze der Orthophosphate, der Pyrophosphate und insbesondere der Tripolyphosphate.

Brauchbare organische Gerüstsubstanzen sind beispielsweise die in Form ihrer Natriumsalze einsetzbaren Polycarbonsäuren, wie Citronensäure, Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Weinsäure, Zuckersäuren, Aminocarbonsäuren, Nitrilotriessigsäure (NTA), sofern ein derartiger Einsatz aus ökologischen Gründen nicht zu beanstanden ist, sowie Mischungen aus diesen. Bevorzugte Salze sind die Salze der Polycarbonsäuren wie Citronensäure, Adipinsäure, Bernsteinsäure, Glutarsäure, Weinsäure, Zuckersäuren und Mischungen aus diesen.

Unter den als Bleichmittel dienenden, in Wasser  $H_2O_2$  liefernden Verbindungen haben das Natriumperboratettrahydrat und das Natriumperboratmonohydrat besondere Bedeutung. Weitere brauchbare Bleichmittel sind beispielsweise Natriumpercarbonat, Peroxypyrophosphate, Citratperhydrate sowie  $H_2O_2$  liefernde persaure Salze oder Persäuren, wie Perbenzoate, Peroxophthalate, Diperazelaensäure, Phthaliminopersäure oder Diperdodecandisäure.

Um beim Waschen bei Temperaturen von  $60^\circ C$  und darunter eine verbesserte Bleichwirkung zu erreichen, können Bleichaktivatoren als alleiniger Bestandteil oder als Inhaltsstoff der Komponente b) eingearbeitet werden. Als Bleichaktivatoren können Verbindungen, die unter Perhydrolysebedingungen aliphatische Peroxocarbonsäuren mit vorzugsweise 1 bis 10 C-Atomen, insbesondere 2 bis 4 C-Atomen, und/oder gegebenenfalls substituierte Perbenzoesäure ergeben, eingesetzt werden. Geeignet sind Substanzen, die O- und/oder N-Acylgruppen der genannten C-Atomzahl und/oder gegebenenfalls substituierte Benzoylgruppen tragen. Bevorzugt sind mehrfach acylierte Alkyldiamine, insbesondere Tetraacetylthyldiamin (TATD), acylierte Triazinderivate, insbesondere 1,5-Diacetyl-2,4-dioxohexahydro-1,3,5-triazin (DADITT), acylierte Glykolorile, insbesondere Tetraacetylglykoloril (TAGU), N-Acylimide, insbesondere N-Nonanoylsuccinimid (NOSI), acylierte Phenolsulfonate, insbesondere n-Nonanoyl- oder Isononanoyloxybenzolsulfonat (n- bzw. iso-NOBS), Carbonsäureanhydride, insbesondere Phthalsäureanhydrid, acylierte mehrwertige Alkohole, insbesondere Triacetin, Ethylenglykoldiacetat und 2,5-Diacetoxy-2,5-dihydrofuran.

Zusätzlich zu den konventionellen Bleichaktivatoren oder an deren Stelle können auch sogenannte Bleichkatalysatoren in die Formkörper eingearbeitet werden. Bei diesen Stoffen handelt es sich um bleichverstärkende Übergangsmetallsalze bzw. Übergangsmetallkomplexe wie beispielsweise Mn-, Fe-, Co-, Ru- oder Mo-Salenkomplexe oder -carbonylkomplexe. Auch Mn-, Fe-, Co-, Ru-, Mangelnde Offenbarung-, Ti-, V- und Cu-Komplexe mit stickstoffhaltigen Tripod-Liganden sowie Co-, Fe-, Cu- und Ru-Amminkomplexe sind als Bleichkatalysatoren verwendbar.

Als Schauminhibitoren kommen beispielsweise Seifen natürlicher oder synthetischer Herkunft in Betracht, die einen hohen Anteil an  $C_{18-24}$ -Fettsäuren aufweisen. Geeignete nichtensidische Schauminhibitoren sind z. B. Organopolysiloxane und deren Gemische mit mikrofeiner, gegebenenfalls silanierter Kieselsäure oder Bistearylethyldiamid. Mit Vorteilen werden auch Gemische aus verschiedenen Schauminhibitoren verwendet, beispielsweise solche aus Silikonen, Paraffinen oder Wachsen. Vorzugsweise sind die Schauminhibitoren an eine granuläre, in Wasser lösliche bzw. dispergierbare Trägersubstanz gebunden. Insbesondere sind dabei Mischungen aus Paraffinen und Bistearylethyldiamiden bevorzugt.

Zusätzlich können im erfindungsgemäßen Verfahren auch Stoffe zugesetzt werden, welche die Öl- und Fettauswaschbarkeit aus Textilien positiv beeinflussen (sogenannte soil repellents). Dieser Effekt wird besonders deutlich, wenn ein Textil verschmutzt wird, das bereits vorher mehrfach mit ei-

nem erfindungsgemäßen Waschmittel, das diese Öl- und fettlösende Komponente enthält, gewaschen wurde. Zu den bevorzugten Öl- und fettlösenden Komponenten zählen beispielsweise nicht-ionische Celluloseether wie Methylcellulose und Methylhydroxy-propylcellulose mit einem Anteil an Methoxyl-Gruppen von 15 bis 30 Gew.-% und an Hydroxypropoxyl-Gruppen von 1 bis 15 Gew.-%, jeweils bezogen auf den nichtionischen Celluloseether, sowie die aus dem Stand der Technik bekannten Polymere der Phthalsäure und/oder der Terephthalsäure bzw. von deren Derivaten, insbesondere Polymere aus Ethylenterephthalaten und/oder Polyethylenglykolterephthalaten oder anionisch und/oder nichtionisch modifizierten Derivaten von diesen. Besonders bevorzugt von diesen sind die sulfonierten Derivate der Phthalsäure- und der Terephthalsäure-Polymere.

Als Enzyme kommen solche aus der Klasse der Proteasen, Lipasen, Amylasen, Cellulasen bzw. deren Gemische in Frage. Besonders gut geeignet sind aus Bakterienstämmen oder Pilzen, wie *Bacillus subtilis*, *Bacillus licheniformis* und *Streptomyces griseus* gewonnene enzymatische Wirkstoffe. Vorzugsweise werden Proteasen vom Subtilisin-Typ und insbesondere Proteasen, die aus *Bacillus lentus* gewonnen werden, eingesetzt. Dabei sind Enzymmischungen, beispielsweise aus Protease und Amylase oder Protease und Lipase oder Protease und Cellulase oder aus Cellulase und Lipase oder aus Protease, Amylase und Lipase oder Protease, Lipase und Cellulase, insbesondere jedoch Cellulase-haltige Mischungen von besonderem Interesse. Auch Peroxidasen oder Oxidasen haben sich in einigen Fällen als geeignet erwiesen. Die Enzyme können an Trägerstoffen adsorbiert und/oder in Hilfsstoffen eingebettet sein, um sie gegen vorzeitige Zersetzung zu schützen. Der Anteil der Enzyme, Enzymmischungen oder Enzymgranulate in der Feststoffmischung im erfindungsgemäßen Verfahren kann beispielsweise etwa 0,1 bis 5 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis etwa 2 Gew.-% betragen.

Als optische Aufheller können Derivate der Diaminostilbendisulfonsäure bzw. deren Alkalimetallsalze eingesetzt werden. Geeignet sind z. B. Salze der 4,4'-Bis(2-anilino-4-morpholino-1,3,5-triazinyl-6-amino)stilben-2,2'-disulfonsäure oder gleichartig aufgebaute Verbindungen, die anstelle der Morpholino-Gruppe eine Diethanolaminogruppe, eine Methylaminogruppe, eine Anilinogruppe oder eine 2-Methoxyethylaminogruppe tragen. Weiterhin können Aufheller vom Typ der substituierten Diphenylstyryle anwesend sein, z. B. die Alkalisalze des 4,4'-Bis(2-sulfostryl)-diphenyls, 4,4'-Bis(4-chlor-3-sulfostryl)-diphenyls, oder 4-(4-chlor-stryl)-4'-(2-sulfostryl)-diphenyls. Auch Gemische der vorgenannten Aufheller können verwendet werden.

Die Aniontensidsäure kann gegebenenfalls auch in Mischung mit weiteren Stoffen eingesetzt werden, sofern diese Stoffe säurestabil sind. Wie oben bereits erwähnt, lassen sich insbesondere Niotenside zur Aniontensidsäure zumischen, aber auch Zumischungen von Aniontensiden sind problemlos möglich, wodurch die flüssige Aniontensidsäure den Charakter eines Teilneutralisats erhält. Maßgabe bei der Zugabe weiterer Stoffe zur Aniontensidsäure ist, daß diese fließ- und pumpfähig bleibt und sich in flüssiger Form auf das bewegte Feststoffbett aufbringen läßt. Hierzu kann gegebenenfalls die Temperatur erhöht werden, wenngleich bei Raumtemperatur flüssige Aniontensidsäuren bzw. deren Mischungen deutlich bevorzugt sind.

Als nichtionische Tenside werden vorzugsweise alkoxylierte, vorteilhafterweise ethoxylierte, insbesondere primäre Alkohole mit vorzugsweise 8 bis 18 C-Atomen und durchschnittlich 1 bis 12 Mol Ethylenoxid (EO) pro Mol Alkohol eingesetzt, in denen der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt sein kann bzw. li-

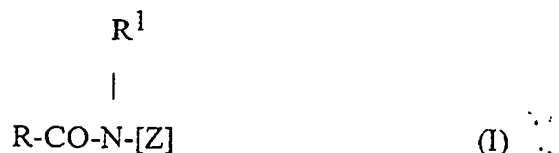
neare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Insbesondere sind jedoch Alkoholethoxylate mit linearen Resten aus Alkoholen natürlichen Ursprungs mit 12 bis 18 C-Atomen, z. B. aus Kokos-, Palm-, Talgfett- oder Oleylalkohol, und durchschnittlich 2 bis 8 EO pro Mol Alkohol bevorzugt. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C<sub>12-14</sub>-Alkohole mit 3 EO oder 4 EO, C<sub>15-17</sub>-Alkohol mit 7 EO, C<sub>18-19</sub>-Alkohole mit 3 EO, 5 EO, 7 EO oder 8 EO, C<sub>12-18</sub>-Alkohole mit 3 EO, 5 EO oder 7 EO und Mischungen aus diesen, wie Mischungen aus C<sub>12-14</sub>-Alkohol mit 3 EO und C<sub>12-18</sub>-Alkohol mit 5 EO. Die angegebenen Ethoxylierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Bevorzugte Alkoholethoxylate weisen eine eingengte Homiologverteilung auf (narrow range ethoxylates, NRE). Zusätzlich zu diesen nichtionischen Tensiden können auch Fettalkohole mit mehr als 12 EO eingesetzt werden. Beispiele hierfür sind Talgfettalkohol mit 14 EO, 25 EO, 30 EO oder 40 EO.

Außerdem können als weitere nichtionische Tenside auch Alkylglykoside der allgemeinen Formel RO(G)<sub>x</sub> eingesetzt werden, in der R einen primären geradkettigen oder methylverzweigten, insbesondere in 2-Stellung methylverzweigten aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen bedeutet und G das Symbol ist, das für eine Glykoseeinheit mit 5 oder 6 C-Atomen, vorzugsweise für Glucose, steht. Der Oligomerisierungsgrad x, der die Verteilung von Monoglykosiden und Oligoglykosiden angibt, ist eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10; vorzugsweise liegt x bei 1,2 bis 1,4.

Eine weitere Klasse bevorzugt eingesetzter nichtionischer Tenside, die entweder als alleiniges nichtionisches Tensid oder in Kombination mit anderen nichtionischen Tensiden eingesetzt werden, sind alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte oder ethoxylierte und propoxylierte Fettsäurealkylester, vorzugsweise mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, insbesondere Fettsäuremethylester, wie sie beispielsweise in der japanischen Patentanmeldung JP 58/217598 beschrieben sind oder die vorzugsweise nach dem in der internationalen Patentanmeldung WO-A-90/13533 (Henkel) beschriebenen Verfahren hergestellt werden.

Auch nichtionische Tenside vom Typ der Aminoxide, beispielsweise N-Kokosalkyl-N,N-dimethylaminoxid und N-Talgalkyl-N,N-dihydroxyethylaminoxid, und der Fettsäurealkanamide können geeignet sein. Die Menge dieser nichtionischen Tenside beträgt vorzugsweise nicht mehr als die der ethoxylierten Fettalkohole, insbesondere nicht mehr als die Hälfte davon.

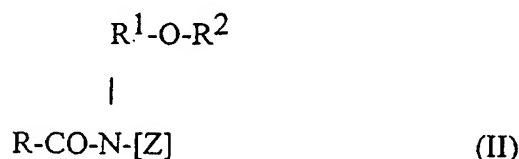
Weitere geeignete Tenside sind Polyhydroxyfettsäureamide der Formel (I).



in der RCO für einen aliphatischen Acylrest mit 6 bis 22 Kohlenstoffatomen, R<sup>1</sup> für Wasserstoff, einen Alkyl- oder Hydroxyalkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und [Z] für einen linearen oder verzweigten Polyhydroxyalkylrest mit 3 bis 10 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10 Hydroxylgruppen steht. Bei den Polyhydroxyfettsäureamiden handelt es sich um bekannte Stoffe, die üblicherweise durch reduktive Aminierung eines reduzierenden Zuckers mit Ammoniak, einem

Alkylamin oder einem Alkanolamin und nachfolgende Acylierung mit einer Fettsäure, einem Fettsäurealkylester oder einem Fettsäurechlorid erhalten werden können.

Zur Gruppe der Polyhydroxyfettsäureamide gehören auch Verbindungen der Formel (II).



in der R für einen linearen oder verzweigten Alkyl- oder Alkenylrest mit 7 bis 12 Kohlenstoffatomen, R<sup>1</sup> für einen linearen, verzweigten oder cyclischen Alkylrest oder einen Arylrest mit 2 bis 8 Kohlenstoffatomen und R<sup>2</sup> für einen linearen, verzweigten oder cyclischen Alkylrest oder einen Arylrest oder einen Oxy-Alkylrest mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen steht, wobei C<sub>1-4</sub>-Alkyl- oder Phenylreste bevorzugt sind und [Z] für einen linearen Polyhydroxyalkylrest steht, dessen Alkylkette mit mindestens zwei Hydroxylgruppen substituiert ist, oder alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte oder propoxylierte Derivate dieses Restes.

[Z] wird vorzugsweise durch reduktive Aminierung eines reduzierten Zuckers erhalten, beispielsweise Glucose, Fructose, Maltose, Lactose, Galactose, Mannose oder Xylose. Die N-Alkoxy- oder N-Aryloxy-substituierten Verbindungen können dann beispielsweise nach der Lehre der internationalen Anmeldung WO-A-95/07331 (Procter & Gamble) durch Umsetzung mit Fettsäuremethylestern in Gegenwart eines Alkoxids als Katalysator in die gewünschten Polyhydroxyfettsäureamide überführt werden.

In einer geeigneten Misch- und Granuliertvorrichtung, beispielsweise in entsprechenden Anlagen vom Typ eines Lirich-Mischers, eines Lödige-Mischers, beispielsweise eines Pflugschärnmischers der Firma Lödige, oder eines Mischers der Firma Schugi, werden bei Umfangsgeschwindigkeiten der Mischorgane vorzugsweise zwischen 2 und 7 m/s (Pflugschärnmischer) beziehungsweise 5 bis 50 m/s (Lirich, Schugi), insbesondere zwischen 15 und 40 m/s die Aniontensäure (vorzugsweise ABSS) einerseits und wasserlösliche und/oder wasserunlösliche Feststoffe andererseits in solchen Mengenverhältnissen eingespeist und derart intensiv miteinander vermischt, daß ein rieselfähiges Granulat entsteht. Dabei kann gleichzeitig in an sich bekannter Weise eine vorbestimmte Korngröße des Granulats eingestellt werden. Der Neutralisations- und Mischprozeß benötigt nur einen sehr kurzen Zeitraum von beispielsweise etwa 0,5 bis 10 Minuten, insbesondere etwa 0,5 bis 5 Minuten (Lirich-Mischer, Lödige-Mischer) zur Homogenisierung des Gemisches unter Ausbildung des rieselfähigen Granulates. Im Schugi-Mischer hingegen reicht normalerweise eine Verweilzeit von 0,5 bis 10 Sekunden aus, um ein rieselfähiges Granulat zu erhalten.

Die zwischen den beiden Verfahrensschritten erfolgende Abtrennung der Feinkornanteile kann auf unterschiedliche Weise erfolgen. Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß die Abtrennung der Teilchen mit Teilchengrößen unterhalb 2 mm über ein dem Mischer nachgeschaltetes Schrägsieb erfolgt. Die Grobkornanteile verbleiben auf dem Sieb und werden zur Durchführung der zweiten Verfahrensstufe in den Mischer zurückgeführt, während die Feinkornanteile, die das Sieb passieren, zur Abmischung mit dem Produkt aus der zweiten Verfahrensstufe zwischengelagert werden.

Eine weitere Ausführungsform der vorliegenden Erfindung sieht vor, daß die Abtrennung der Teilchen mit Teil-



chengrößen unterhalb 2 mm über eine dem Mischer nachgeschaltete gasbetriebene Größenklassierung ("Airlift") erfolgt. Hierbei werden die Teilchen einem entgegengesetzten Gasstrom ausgesetzt, wobei die Geschwindigkeit des Gasstroms so geregelt werden kann, daß nur Teilchen, die eine bestimmte Masse überschreiten, hinabfallen, während die anderen Teilchen entweder in der Schwebe verbleiben oder aufwärts geblasen werden. Da die Teilchengröße und die Masse der Teilchen zueinander proportional sind, kann auf diese Weise eine Größenklassierung erreicht werden. Als Betriebsgase für solche "Airlift"-Vorrichtungen eignen sich neben Luft insbesondere Inertgase wie Stickstoff, Kohlendioxid oder Edelgase.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung erfolgt die Abtrennung der Teilchen mit Teilchengrößen unterhalb 2 mm über einen durch eine Siebbodeneinlage klassierend gestalteten Mischeraustrag. Diese Verfahrensvariante erlaubt es, die Feinkornanteile durch Öffnen des Mischeraustrages bei langsam laufendem Mischwerk auszutragen, wobei die Grobkornanteile direkt im Mischer verbleiben und nicht wieder in den Mischer zurückgeführt werden müssen.

Die im Mischer befindlichen Grobkornanteile werden dann mit weiteren granulationsfördernden Zuschlagstoffen (beziehungsweise dem zweiten Teil dieser Zuschlagstoffe, siehe oben) versetzt und bei laufendem Mischwerk granuliert. Sofern der Mischgranulator zusätzlich eine Zerteilvorrichtung aufweist, ist es bevorzugt, diese in der zweiten Verfahrensstufe einzuschalten. Nach der Granulation in der zweiten Verfahrensstufe werden die Granulate der ersten und zweiten Stufe miteinander vermischt und bilden die fertige granulare Waschmittelzusammensetzung oder die Komponente hierfür.

#### Beispiele

Das folgende Anwendungsbeispiel verdeutlicht das erfindungsgemäße Verfahren und zeigt Vorteile gegenüber herkömmlichen Verfahren auf:

Aus 9 kg Alkylbenzolsulfonsäure (ABSS, 97% Aktivsubstanz) und 1,3 kg eines mit 7 EO ethoxylierten C<sub>16</sub>-Fettalkohols wurde eine flüssige Mischung aus Aniontensäure und Niotensid hergestellt. Zur Herstellung nach einem üblichen Verfahren (Vergleichsbeispiel) wurden in einem 130-l-Lödlige-Pillguscharmischer 11,5 kg Natriumcarbonat vorgelegt und 4,5 kg der aniontensäurehaltigen Mischung über einen Zeitraum von 4 Minuten aufgedüst. Nach der Zugabe von 11,6 kg Natriumtripolyphosphat wurden die restlichen 5,8 kg der aniontensäurehaltigen Mischung aufgedüst und abschließend 6,5 kg Zeolith 4 A zugegeben. Nach der Zugabe des Zeoliths wird der Mischer noch 30 sec. bei eingeschaltetem Messerkranz laufen gelassen. Man erhält ein Produkt mit 40 bis 45% Überkorn (Teilchengrößen oberhalb von 2 mm).

Nach erfindungsgemäßer Vorgehensweise wird analog dem obigen Beispiel verfahren, nur werden nach dem kompletten Auflösen der aniontensäurehaltigen Mischung lediglich 4,5 kg Zeolith zugegeben und unter Einsatz des Messerkranzes 30 Sekunden lang granuliert, wobei man ein Produkt mit 50 bis 55% Überkorn erhält. Nach Abtrennung der Feinkornanteile wird der Überkornanteil im Mischer mit den restlichen 2 kg Zeolith versetzt und bei eingeschaltetem Messerkranz 5 Minuten granuliert. Die beiden Granulatfraktionen werden vereinigt und weisen nun insgesamt einen Überkornanteil (Teilchengröße oberhalb von 2 mm) von lediglich 10 bis 20% auf.

#### Patentansprüche

1. Diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung einer granularen Waschmittelzusammensetzung oder Komponente hierfür, in dem festes, wasserlösliches, alkalisches anorganisches Neutralisationsmittel gegebenenfalls in Mischung mit anderen Feststoffen in einem Mischer vorgelegt und bewegt wird und eine flüssige Aniontensäure zu dem bewegten Feststoffbett zugegeben wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß folgende Verfahrensschritte durchgeführt werden:

i) Granulation der Mischung zu Granulaten, die zu mehr als 40 Gew.-% der Gesamtmasse aus Teilchen mit Teilchendurchmessern oberhalb von 2 mm bestehen,

ii) Absieben der Partikel mit Teilchendurchmessern unterhalb von 2 mm,

iii) Zurückführung der Teilchen mit Teilchengrößen oberhalb von 2 mm in den Mischer und Zerkleinerung unter erneutem Kornaufbau mit teilchenförmigen Inhaltsstoffen von Wasch- und Reinigungsmitteln zu feineren Agglomeraten,

iv) Vereinigung der in den Schritten ii) und iii) gebildeten Granulate zur granularen Waschmittelzusammensetzung bzw. Komponente hierfür.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge an Aniontensäure, die im erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzt wird, 15 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 20 bis 35 Gew.-% und insbesondere 25 bis 30 Gew.-% beträgt.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die flüssige Aniontensäure im Gemisch mit einem Niotensid eingesetzt wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Menge an festen, wasserlöslichen, alkalischen anorganischen Neutralisationsmitteln 10 bis 50 Gew.-%, vorzugsweise 15 bis 40 Gew.-% und insbesondere 20 bis 30 Gew.-% beträgt.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Abtrennung der Teilchen mit Teilchengrößen unterhalb 2 mm über ein dem Mischer nachgeschaltetes Schrägsieb erfolgt.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Abtrennung der Teilchen mit Teilchengrößen unterhalb 2 mm über eine dem Mischer nachgeschaltete gasbetriebene Größenklassierung ("Airlift") erfolgt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Abtrennung der Teilchen mit Teilchengrößen unterhalb 2 mm über einen durch eine Siebbodeneinlage klassierend gestalteten Mischeraustrag erfolgt.

- Leerseite -